

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-233725
 (43)Date of publication of application : 17.09.1990

(51)Int.Cl. C08G 69/32
 C08L 77/00

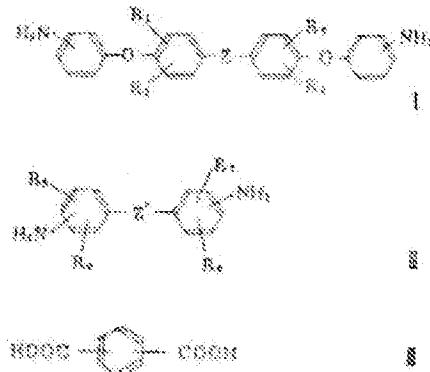
(21)Application number : 01-054638 (71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD
 (22)Date of filing : 07.03.1989 (72)Inventor : SAKATA TOICHI
 NISHIZAWA HIROSHI
 MUKOYAMA YOSHIYUKI

(54) AROMATIC POLYAMIDE COMPOSITION AND PRODUCTION OF TRANSPARENT AROMATIC POLYAMIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the transparent title polyamide reduced in coloring, having good heat resistance and film formation in low-temperature treatment by reacting an aromatic diamine expressed by a specific structural formula with an aromatic dicarboxylic acid expressed by a specific structural formula.

CONSTITUTION: An aromatic diamine expressed by (A) formula I or (B) formula II [z and z' are O, C(CH₃)₂, C(CF₃)₂, SO₂ or CH₂; R₁ to R₈ are alkyl] is reacted with (C) an aromatic dicarboxylic acid expressed by formula III or acid derivative thereof to provide the aimed polyamide. Furthermore, preferably the component A contains 50~10mol% 2,2-bis[4-(4-aminophenoxy)phenyl]propane and the component B contains 50~90mol% 4,4'-diaminodiphenyl ether and the component C contains 50~90mol% terephthalic acid and 50~10mol% isophthalic acid.



③ 日本国特許庁 (JP)

③ 特許出願公開

② 公開特許公報 (A) 平2-233725

③ Int. Cl. 5

C 08 G 69/32
C 08 L 77/00

識別記号

NSU
LQX

序内整理番号

7038-4J
7038-4J

③公開 平成2年(1990)9月17日

審査請求 来請求 求求項の数 8 (全8頁)

②発明の名称 透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族ポリアミド組成物

②特願 平1-54638

②出願 平1(1989)3月7日

②発明者 坂田 海一 滋城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

②発明者 西沢 広 滋城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

②発明者 向山 吉之 滋城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

②出願人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

④代理人 弁理士 若林 邦彦

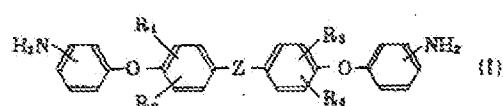
明細書

1. 発明の名称

透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族
ポリアミド組成物

2. 特許請求の範囲

1. 一般式(I)又は(II)



(III)

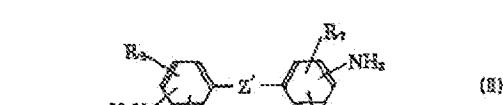
で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその誘導
体とを反応させることを特徴とする透明な芳香族
ポリアミドの製造法。

2. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを
5.0～1.0モル量、一般式(III)で表わされる芳香族
ジアミンを5.0～9.0モル量とした請求項1記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

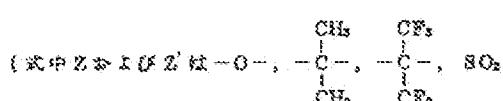
3. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2.
2～ビス(4-(4-アミノフェノキシ)フェニ
ル)ブロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香
族ジアミンが4-ジアミノジフェニルエーテル
である請求項1又は2記載の透明な芳香族ポリア
ミドの製造法。

4. 一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸
がテレフタル酸5.0～9.0モル量とイソフタル酸
5.0～1.0モル量である請求項1、2又は3記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

5. 請求項1記載の透明な芳香族ポリアミドを



(II)



(式中ZおよびZ'は-O-, -C-, -C-, SO₂
CH₂ CH₂基でありR₁～R₄はアルキル基であり
これらは互いに同じであつても異なるついててもよ

い)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(IV)

特開平2-233725 (2)

有機酸性樹脂中に溶解してなる芳香族ポリアミド組成物。

6. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを5.0～1.0モル%、一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンを8.0～9.0モル%とした請求項5記載の芳香族ポリアミド組成物。

7. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2,2-ビス[4-(4-アミノフェニル)フェニル]プロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンが4,4'-ジアミノフェニルエーテルである請求項5又は6記載の芳香族ポリアミド組成物。

8. 一般式(IV)で表わされる芳香族ジカルボン酸がテレフタル酸5.0～9.0モル%とイソフタル酸5.0～1.0モル%である請求項5、6又は7記載の芳香族ポリアミド組成物。

3. 発明の詳細を説明

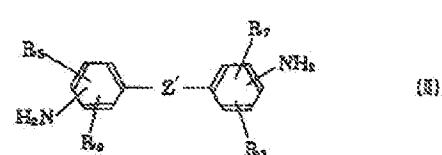
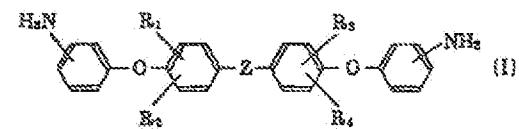
(産業上の利用分野)

本発明は透明性に優れた芳香族ポリアミドおよびこれを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

更でのフィルム形成が良好な芳香族ポリアミドの製造法およびこれを用いた組成物を提供するものである。

(課題を解決するための手段)

本発明は一般式(I)又は(II)



(式中、Z及びZ'は-O-, -C(=O)-, -C(=O)-SO₂-
CH₃、-CF₃)

又は-CH₂-であり、R₁～R₅はアルキル基であり、これらは互いに同じであつても異なるついていてよい)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(IV)

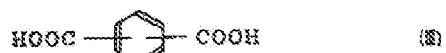
(従来の技術)

電気、電子材料として用いられている有機酸性可溶性ポリイミド樹脂及びポリアミドイミド樹脂は、耐熱性に優れるものの一般に黄色、黄褐色、赤褐色、緑黄色などに着色しており光透過程が十分でない。したがつて光センサー、画像形成用材料、カラー液晶用配向膜、太陽電池等の無色透明性が要求される各種保護膜として使用でき多い問題があつた。一方ポリアミド樹脂は初期の着色は少いものの加熱により着色を生じる場合が多く、又、耐熱性に劣るのが通例であつた。

一方、耐熱性に優れたポリアミド樹脂であるアラミド系は着色が激しく赤褐色、又は茶褐色を有しており透過程が悪いという問題がある。また光透過程を重視する電気、電子材料分野では光透過程と、耐熱性が良好で低湿処理で被膜形成できるものが望まれている。

(発明が解決しようとする課題)

本発明は、この様々な問題点を解決するものであり透明で着色の少ない、かつ耐熱性および低湿処

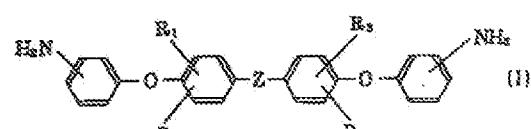


で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその誘導体とを反応させる透明な芳香族ポリアミドの製造法およびとのポリアミドを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

まず本発明における透明な芳香族ポリアミドについて以下説明する。

本発明における芳香族ジアミンとしては下記した一般式(I)、(II)で表わされるものが用いられる。

一般式(I)



(式中Zは-O-, -C(=O)-, -C(=O)-SO₂-CH₃、-CF₃)

又は-CH₂-であり、R₁～R₅はアルキル基でありこれらは互いに同じであつても異なるついていてよい)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(IV)

13圖2-233725 (3)

表わされる芳香族ジアミンとしては具体的には、
 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-プロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-ブロビル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-イソブロビル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-ジメチル-4-(4-

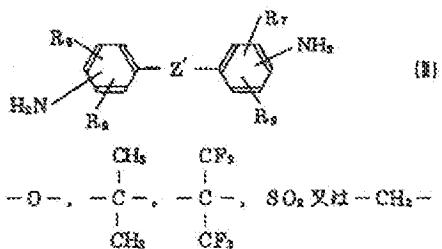
ノフエノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス
 (3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス [3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] エタン, 1,1-ビス (3-クロー-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル-5-メチルフェニル] エタン, ビス [4-(4-アミノフェノキシ) フエニル] メタン, ビス (3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル) フエニル] メタン, ビス (3-タロロ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル) フエニル] メタン, ビス (3-ブロモ-4-(4-アミノフェノキシ) フエニル) メタ

特開平2-233725 (4)

シ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ベンタン, 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,5-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ベンタン, 1,1-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジプロモ-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3-3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[3,5-ジプロモ-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジプロモ-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ベンタン, 4,4-

ビス[3,5-ジプロモ-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジメチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジプロモ-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 1,1,1,3,3-3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3-メチル-6-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタンなどがあげられる。

一般式①



であり $R_4 \sim R_8$ は、アルキル基でありこれらは互いに同じであつても異なつていてもよい)で表わ

される芳香族ジアミンとしては具体的には4-アミノエニレンジアミン, 4-アミノエニレンジアミン, 4-アミノジアミノフェニルメタン, 4-アミノジフェニルエーテル, 4-アミノジアミノジフェニルスルホン, 4-アミノジアミノジフェニルプロパン-2,2, 4-アミノジアミノフェニルスルファイト, 4-アミノジアミノナフタリン, 4-アミノジアミノクフェニルエタン, 4-アミノジアミノベンゾアニリド, 4-アミノジアミノナフタリン, 4-アミノクロロ-4-アミノジフェニル, ベンチジン, 4-アミノジフェニルアミン, 4-アミノジフェニルアミン, 4-アミノジフェニルアミン, 4-アミノジフェニルアミン, 4-アミノジフェニルスルホン, 4-アミノジフェニルジフェニルシラン, 4-アミノジフェニルシランなどがある。

一般式①で表わされる芳香族ジアミンとしては4,4-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパンが好ましく、一般式②で表わされる

芳香族ジアミンとしては4-アミノジフェニルエーテルが好ましく用いられる。

本発明において、一般式①で表わされる芳香族ジアミンを5.0～1.0モル%, 一般式②で表わされる芳香族ジアミンを5.0～9.0モル%で用いることが好ましい。特に好ましくは前者が1.0～2.0モル%, 後者が9.0～8.0モル%である。

一般式①で表わされる芳香族ジアミンが、5.0モル%を越えるとフィルム形成性、溶解溶解性は良好であるが、耐熱性が低下し、1.0モル%未満では耐熱性は向上するが、フィルム形成性と可とう性が低下する傾向がある。

一般式②で表わされる芳香族ジアミンが5.0モル%未満では良好な耐熱性が得られず、9.0モル%を越えると溶解溶解性が悪くなり、フィルムが硬く脆くなる傾向がある。

透明な芳香族ポリアミドが得られる範囲内で一部変性剤として下記のジアミン化合物を併用することができる。変性剤の使用量は、一般式①で表わされる芳香族ジアミンおよび一般式②で表わさ

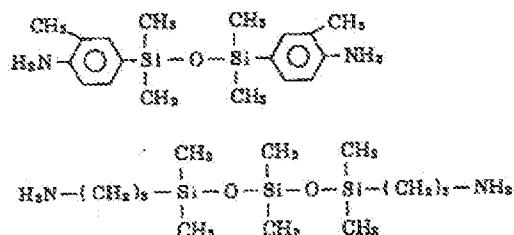
特開平2-233725 (5)

れる芳香族ジアミンに対して3.0モル%以下が好ましい。

ジアミン化合物としては、脂肪族または脂環式ジアミンを併用してもよい。脂肪族または脂環式ジアミンとしては、ビペラジン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジアミン、ローキシリレンジアミン、mキシリレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ドテカメチレンジアミン、4,4'-ジメチルヘプタメチレンジアミン、3-メチルヘプタメチレンジアミン、2,1,1-ジアミノドデカン、1,1,2-ジアミノオクタデカン、シクロヘキサン-1,3-ジアミン、シクロヘキサン-1,8-ジアミン等がある。

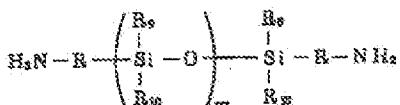
共重合方法としては、脂肪族又は脂環式ジアミンを直接共重合させても良いが、芳香族四塩基錫無水物であらかじめイミドジカルボン酸無水物にしたのち共重合させてもよい。又、ジアミノシロキサンを共重合させることもできる。

ジアミノシロキサンは、例えば一般式

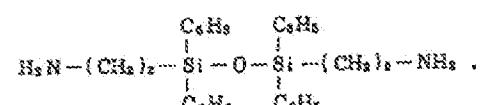
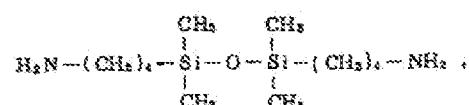
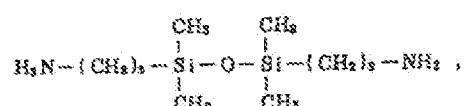


などの化合物があげられる。

本発明において一般式圖で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸銅導体としては具体的に、イソフタル酸、テレフタル酸、4-メチルイソフタル酸、4-メチルジエチルエーテルジカルボン酸、2-メトキシジフェニルエーテル、4-メチルカルボン酸、3,4-ナフタリンジカルボン酸、5-クロロナフタリンジカルボン酸、2,4-ビリジンカルボン酸、2,5-ビラジンジカルボン酸、4,6-ベンツアエリドジカルボン酸、4,4'-ベンツアエリドジカルボン酸、4,4'-メチル-ジフェニルアミンジカルボン酸等、また3-ジカルベトキシベン



(Rは二価の炭化水素基でありR₂及びR₃はそれぞれ同一でも異なつてもよく、mは1以上の整数である)で表わされる化合物である。Rは好ましくは炭素数1~5のアルキレン基、フェニレン基、アルキル置換フェニレン基であり、R₂及びR₃は好ましくは炭素数1~5のアルキル基、フェニル基、アルキル置換フェニル基である。例えば



ゼン、1,3-ジカルボフェノキシベンゼン、1,3-ジ(N,N-ジカルバモイル)ベンゼン、3-カルボメトキシ安息香酸、3-ジメチルアミノカルバモイル安息香酸等をより以上のアンモニア、ジメチルアミン、トリエチルアミン、モルホリン、ビリジン等のモノアミンを用いる等の化合物があげられる。

本発明において、一般式圖で表わされる好ましい芳香族ジカルボン酸又はその酸銅導体及びその使用割合はテレフタル酸5.0~9.0モル%とインフタル酸5.0~1.0モル%とされる。特に好ましくは前者が8.0~5.0モル%、後者が2.0~4.0モル%である。テレフタル酸が9.0モル%を超えると溶解性が低下し、5.0モル%未満では耐熱性が低下し、着色が強くなる傾向がある。インフタル酸が1.0モル%未満ではクニスに沈殿を生じ、5.0%を超えると耐熱性が低下し着色が増す傾向がある。耐熱性、着色、透明性を考慮しながら活性剤として前記したジカルボン酸成分を併用することができる。活性剤の使用量は、一般式圖で表

特開平2-233725 (6)

わされる芳香族ジカルボン酸又はその誘導体に対して3.0モル%以下が好ましい。

本発明における上記の一般式(I)又は(I')で表わされる芳香族ジアミンと一般式(I')で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその誘導体との使用割合(I)+(I')/I'は絶対モルとすることが好ましく、1.02～0.98(当量比)とすることがより好ましい。

本発明において一般式(I)又は(I')で表わされる芳香族ジアミンと一般式(I')で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその誘導体との反応は、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルビロリドン等へ脂性溶媒中で、好ましくは液温から210℃、特に好ましくは140～210℃の温度で行われる。

本反応は脱水総合反応であり高分子量のポリアミドを得るために脱水触媒及び脱水助剤を添加して行うのが好ましい。脱水触媒としては、亜硫酸トリエステルが用いられるが、好ましくは亜硫酸トリフエニルが効果的であり、かつその反

応助剤としてビリジンが有効である。脱水助剤としては、塩化リチウム、塩化カルシウム等を用いることが好ましい。又高温下における酸化を防止するために窒素ガスなどの不活性ガスを吹き込みながら行うのが好ましい。

本発明により得られる透明な芳香族ポリアミドの分子量は強度と耐熱性を考慮すると遷元粘度で0.3(dL/g)以上であることが好ましい。特に好ましくは0.4(dL/g)以上である。0.3(dL/g)未満ではもろくなる傾向がある。

上記の方法によつて得られた透明な芳香族ポリアミドはミキサーで水中に分散し、反応時に使用した触媒、生成物を除去乾燥して芳香族ポリアミドの樹脂粉末を得る。この樹脂を再度有機溶媒中に均一に溶解させて、透明な芳香族ポリアミド樹脂物とする。

また、本発明においては上記の方法によつて得られた芳香族ポリアミドの樹脂溶液をそのまま透明な芳香族ポリアミド樹脂物としてもよい。

本発明に用いられる有機溶性溶媒としては、例

えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジエチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジエチルアセトアミド、N-メチルビロリドン、ヘキサメチレンスルホキシド、アーブテルラクトン、フェノール、オクレゾール、メタクレゾール、タータクレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノール等を挙げることができる。経済性、作業性等を考慮すると、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチルビロリドン、フェノール、オクレゾール、メタクレゾール、タータクレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノールを用いることが好ましい。又、有機酸性溶媒にキシレン、エチルセロソルブ、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ハロゲン化炭化水素などを一部配合した混合溶媒としてもよい。

本発明における透明な芳香族ポリアミド樹脂物の樹脂粘度は有機溶性溶媒中好ましくは1～5.0重量%，より好ましくは5～2.5重量%とされる。また溶液粘度は2.5℃の回転粘度が0.1～1.0dL

mol/Lであることが好ましい。

本発明における透明な芳香族ポリアミド樹脂物は、例えば、回路基板、光センサーの表面被覆、画像形成材料、カラー液晶配向膜、着色の少ない耐熱性フィルム等に使用できる。

(実施例)

本発明の実施例を説明する。

実施例1

成 分	グラム	モル
4-オージアミノジフェニルエーテル(DDE)	14.0	0.7
2-2ビス(4-(4-アミノフェノキシ)フェニル)プロパン(BAPP)	12.3	0.3
テレフタル酸	9.9.6	0.6
イソフタル酸	6.6.4	0.4
N-メチルビロリドン	6.0.0	-
亜硫酸トリフエニル	31.0	1.0
ビリジン	2.0.0	-
リチウムクロライド	5.0	-
上記成分を温度計、かきませ機、密着導入管、水分定量器、冷却器をつけた四つロフラスコに入		

特開平2-233725 (7)

れ密閉ガスを通し搅拌しながら100°Cに昇温し同温度で4時間反応を行い、次いで徐々に温度を上げ150°Cで反応を終めた。反応の終点は、HPLC(高圧液体クロマトグラフ)で管理し還元粘度0.60(dL/g)のポリアミド樹脂を得た。得られたポリアミドワニスをミキサーで水中に分散して溶媒、触媒等を除去した粉状の樹脂を得た。

さらに、水及びメタノールで煮沸洗浄し、残存触媒生成物を除いた。次いで、この粉体樹脂を回収し減圧乾燥して粉状の芳香族ポリアミドを得た。この芳香族ポリアミドをジメチルホルムアミドに溶解し、濃度2.0重量%のワニスを調製した。このワニスを平滑なガラス板上に6.0nmの厚さに塗布し、200°Cの熱風送風乾燥機で30分間^{1/2}接着を行なうと、接着性の良いフィルムを得た。フィルムの様子、Tgおよび可視光透過率の評価結果を表1に示した。

実施例2

成 分	グラム	モル
DDE	1.60	0.7

ビリジン	1.90	-
リチウムクロライド	6.6	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、還元粘度0.60(dL/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法で調製したワニスについてフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例1

成 分	グラム	モル
DDE	8.0	0.4
BAPP	2.46	0.6
テレフタル酸	6.64	0.4
イソフタル酸	9.96	0.6
N-メチルビロリドン	9.18	-
亜りん酸トリフェニル	3.10	1.0
ビリジン	2.30	-
リチウムクロライド	5.74	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、還元粘度0.55(dL/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

BAPP	1.23	0.3
テレフタル酸	1.18.2	0.7
イソフタル酸	6.9.8	0.3
N-メチルビロリドン	8.0.0	-
亜りん酸トリフェニル	3.1.0	1.0
ビリジン	2.0.0	-
リチウムクロライド	5.0	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、還元粘度0.65(dL/g)の芳香族ポリアミドを得た。また、実施例1と同様の方法で調製したワニスについてフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

実施例3

成 分	グラム	モル
DDE	1.60	0.8
BAPP	8.2	0.2
テレフタル酸	13.2.8	0.8
イソフタル酸	3.3.2	0.2
N-メチルビロリドン	7.6.2	-
亜りん酸トリフェニル	3.1.0	1.0

ムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例2

成 分	グラム	モル
DDE	1.9.6	0.9.8
BAPP	8.2	0.0.2
テレフタル酸	15.7.7	0.9.5
イソフタル酸	8.3	0.0.5
N-メチルビロリドン	6.9.0	-
亜りん酸トリフェニル	3.1.0	1.0
ビリジン	1.7.2	-
リチウムクロライド	4.3	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、還元粘度0.60(dL/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

比較例3

成 分	グラム	モル
DDE	8.0	0.4
BAPP	2.4.6	0.6
テレフタル酸	15.7.7	0.9.5

特開平2-233725 (8)

イソフタル酸	8.3	0.5
4-メチルビニリドン	9.18	-
巻りん酸トリフエニル	3.10	1.0
ビリジン	2.30	-
リチウムクロライド	5.74	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、収率粘度 0.63 (dL/g) の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、その評価結果を表1に示した。

後記において、収率粘度の測定は次のようにして行つた。すなわち、アセトン 50.0 mL を高速攪拌させておき、その中に 1.0 g に希釈した芳香族ポリアミドエニスを徐々に滴下し樹脂を折出させる。折出した樹脂をロ別し、脱溶媒を行うためアセトン 30.0 mL でリダクターキャニスターを 3 時間行う。ついで減圧乾燥器で 150 °C、2 時間の乾燥を行い粉状ポリイミド樹脂を得る。

試料濃度: 0.5 g/dL、測定溶媒: メチルホルムアミド、測定温度: 30 °C の条件で、キヤノンエンスケルマ計で測定した。

表1に示すガラス転移点 (T_g) の測定は、フィルムを熱物性試験 (パークインエルマー社製) で測定した。測定条件: 引張り法、升温速度: 5 °C/min、荷重: 5 g、サンプル: 2 mm 稲、スパン 1.0 mm。

表1に示す可視光透過性は、5.0 μ m のフィルムを日立可視紫外吸光度計をもつて 300 nm ~ 400 nm の透過率を測定し、透過率減少開始点の波長をもつて求めた。

表1に示すフィルムの性状は、200 °C で 30 分焼付けた時の皮膜の指感強度で表現した。○は「強制」を示す。

表1に示すフィルムの着色は目視による。

実験例 項目	実験例 1	実験例 2	実験例 3	実験例 4	実験例 5		
					1	2	3
4-メチルビニリドン	0.7	0.7	0.6	0.4	0.98	0.4	0.4
2,2-ビス[4-(4-アミノキシ)フェニル]ブロバン	0.3	0.3	0.2	0.3	0.02	0.6	0.6
テレフタル酸	0.6	0.7	0.6	0.4	0.95	0.95	0.95
イソフタル酸	0.4	0.3	0.2	0.6	0.3	0.5	0.5
収率 (%)	8.60	0.65	0.60	0.55	0.45	0.62	0.62
フィルムの性状	○	○	○	○	○	○	○
タレス遮光率(%)	270	283	288	248	29.0	24.5	24.5
可視光遮光率(nm)*	420以上	420以上	420以上	460以上	460以上	460以上	460以上
フィルムの着色(目視)	無色	無色	無色	無色	無色	無色	無色

* 遮光率 450 nm 以上の波長

(発明の効果)

本発明により、耐熱性およびフィルム形成性に優れ、かつ無色に近い透明な芳香族ポリアミド及びこれを用いた組成物を得ることができる。

代理人 外博士 著林 淳